



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2012138230/28, 26.11.2012

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
26.11.2012

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 26.11.2012

(45) Опубликовано: 27.05.2014 Бюл. № 15

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2459194 C2, 20.08.2012. SU 276509
A1, 14.07.1970. SU 1770828 A1, 23.10.1992. CN
101308077 A, 19.11.2008

Адрес для переписки:

620002, г.Екатеринбург, ул. Мира, 19, УрФУ,
Центр интеллектуальной собственности, Т.В.
Маркс

(72) Автор(ы):

**Вьюхин Владимир Викторович (RU),
Поводатор Аркадий Моисеевич (RU),
Цепелев Владимир Степанович (RU),
Конашков Виктор Васильевич (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
профессионального образования "Уральский
федеральный университет имени первого
Президента России Б.Н. Ельцина" (RU)**

(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛОТНОСТИ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ РАСПЛАВОВ

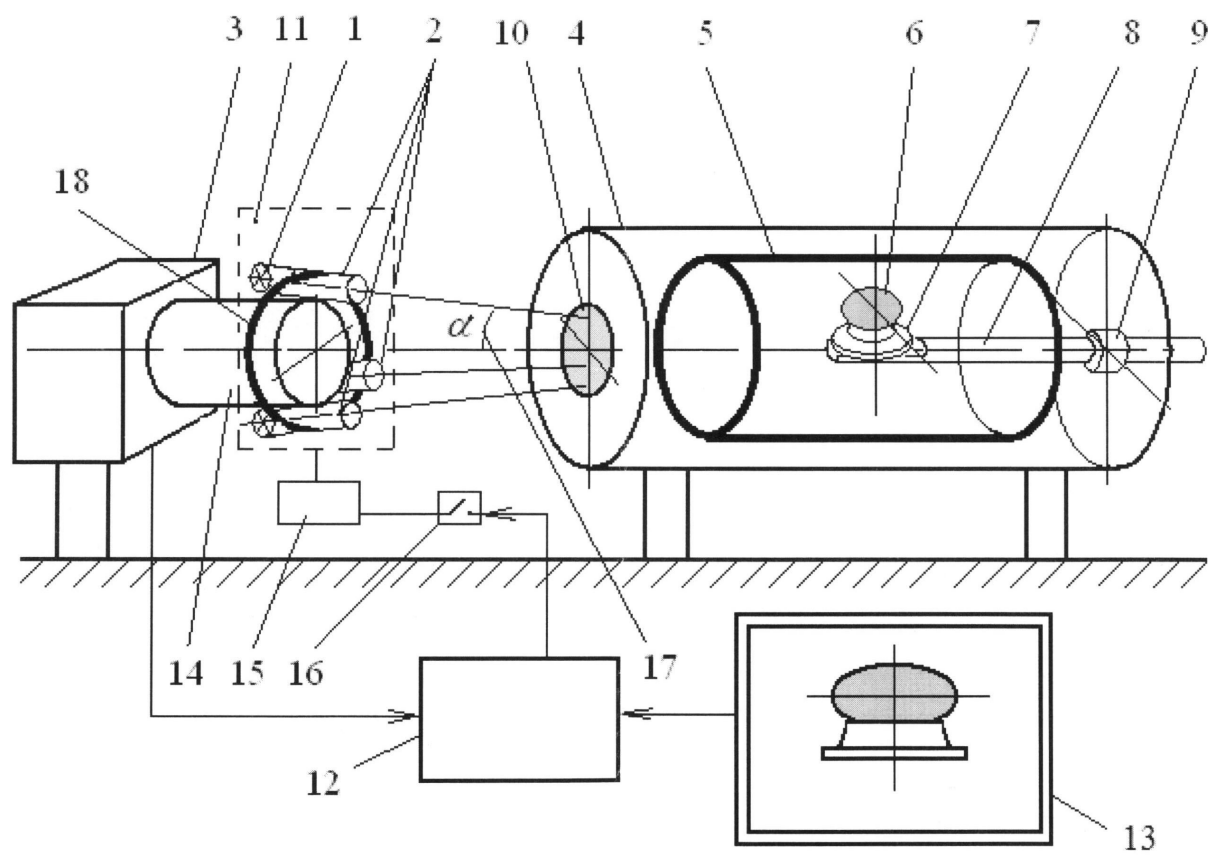
(57) Реферат:

Изобретение относится к технической физике, а именно к определению физико-химических параметров металлических расплавов путем измерения плотности и поверхностного натяжения неподвижно лежащей на подложке эллипсоидной капли образца расплава посредством фотоэлектронной объеметрии. Образец расплава в виде капли помещают на подложку в вакуумной камере электропечи горизонтального типа и посредством фотоприемника получают силуэт капли расплава. Перед вакуумной камерой размещают

коммутируемый оптический излучатель, который включают в момент прекращения регистрации фотоприемником собственного свечения капли образца расплава во время ее охлаждения. С помощью излучателя освещают каплю расплава и по отраженному оптическому сигналу силуэта капли определяют объем и плотность капли вплоть до температуры ее остывания. Технический результат заключается в увеличении температурного диапазона измерений плотности расплава. 4 з.п. ф-лы, 5 ил.

RU 2 517 770 C1

RU 2 517 770 C1



Фиг. 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 517 770** (13) **C1**

(51) Int. Cl.

G01N 13/02 (2006.01)

G01N 9/04 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: 2012138230/28, 26.11.2012

(24) Effective date for property rights:
26.11.2012

Priority:

(22) Date of filing: 26.11.2012

(45) Date of publication: 27.05.2014 Bull. № 15

Mail address:

620002, g.Ekaterinburg, ul. Mira, 19, UrFU, Tsentr
intelektual'noj sobstvennosti, T.V. Marks

(72) Inventor(s):

V'jukhin Vladimir Viktorovich (RU),
Povodator Arkadij Moiseevich (RU),
Tsepelev Vladimir Stepanovich (RU),
Konashkov Viktor Vasil'evich (RU)

(73) Proprietor(s):

Federal'noe gosudarstvennoe avtonomnoe
obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego
professional'nogo obrazovanija "Ural'skij
federal'nyj universitet imeni pervogo Prezidenta
Rossii B.N. El'tsina" (RU)

(54) METHOD TO DISTRIBUTE DENSITY OF METAL MELTS

(57) Abstract:

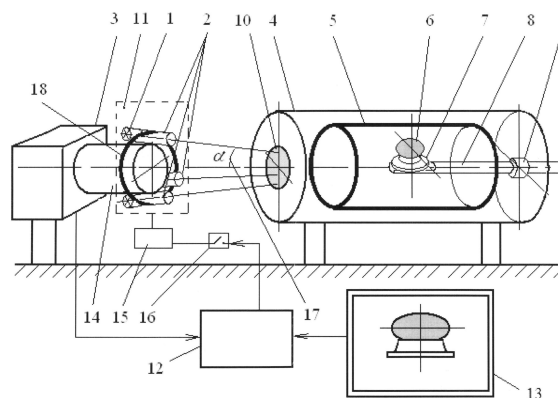
FIELD: measurement equipment.

SUBSTANCE: invention relates to technical physics, namely, to define physical and chemical parameters of metal melts by measurement of density and surface tension of a melt sample drop in ellipse shape lying still on the substrate by means of photoelectronic volumetry. The melt sample in the form of a drop is put on the substrate in the vacuum chamber of the electric furnace of the horizontal type, and the melt drop silhouette is made by means of a photodetector. Upstream the vacuum chamber they place a switched optical emitter, which is put on at the moment when registration of the internal glow of the melt sample drop stops during its cooling. With the help of the emitter they light the melt drop and by the reflected optical signal of the drop silhouette they determine the volume and density of the

drop until the temperature of its cooling.

EFFECT: increased temperature range of melt density measurements.

5 cl, 5 dwg



Фиг. 1

Изобретение относится к технической физике, а именно к анализу материалов, в частности к определению физико-химических параметров высокотемпературных металлических расплавов методом геометрии «большой капли», т.е. путем измерения плотности и поверхностного натяжения неподвижно лежащей на подложке эллипсовидной капли образца расплава посредством фотоэлектронной объемометрии. Изобретение может быть использовано в лабораторных исследованиях, на предприятиях металлургической промышленности, при выполнении лабораторных работ в вузах.

В ряде случаев возникает необходимость изучения плотности металлического расплава, а после этого - плотности твердых образцов этого расплава, т.е. плотность в жидком и кристаллическом виде. При этом данные по плотности в жидком и кристаллическом состоянии необходимо получить в широком температурном интервале, вплоть до комнатной температуры. Необходимость таких исследований возникает, например, при изучении сплавов типа «Инвар 33НКУЛ», для формирования свойств которых значение имеет температурно-временной режим выплавки. Их основное служебное свойство, низкий коэффициент температурного расширения, напрямую связано с изменением плотности. Таким образом, целесообразно проводить высокотемпературные и низкотемпературные части исследования металлического сплава и определение плотности образцов в жидком и кристаллическом виде посредством одной экспериментальной установки непрерывно.

Использование способов с применением устройств, предназначенных для исследований в широком диапазоне температур, при изучении плотности металлических расплавов методом «большой капли» при низких температурах связано с рядом трудностей. Главная проблема - отсутствие свечения капли расплава при относительно низких температурах, и как следствие, невозможность получить качественное фотоизображение этой капли. Применение внешнего источника освещения, работающего «на просвет», т.е. подсветка капли со стороны, противоположной фотоприемнику, связано с необходимостью внесения существенных изменений как в методику исследований, так и в конструкцию устройства, например, требуется введение дополнительных смотровых окон, изменение формы нагревателя и др. Это ведет к увеличению погрешности измерений, например, по причине искажения температурного поля нагревателя. С другой стороны, размещение источника освещения внутри установки может быть затруднено из-за возможных высоких, вплоть до +2300 К, изучаемых температур.

Известен способ непрямого измерения плотности образца - капли расплава с известной массой образца, равной 10...40 граммов («метод большой капли»), лежащей на горизонтальной подложке, размещенной на конце штока в вакуумной камере горизонтального типа в изотермической зоне электропечи, на основе фотометрии, которую осуществляют по геометрическим характеристикам эллипсоида капли посредством измерения параметров его контура (силуэта) и дальнейшего определения объема капли - см. Филиппов С.И. и др. «Физико-химические методы исследования металлургических процессов», М.: Металлургия, 1968 г., стр.266-267, рис.114. При этом используют два способа измерения параметров силуэта. Первый основан на фотометрии собственного свечения капли. Его применяют при температуре капли более, примерно, +800 К. Второй способ основан на освещении этой капли в режиме «на просвет», т.е. освещении капли со стороны, противоположной объективу фотоприемника. Его можно использовать, в частности, при фотометрии капли с температурой меньше +800 К, например, при охлаждении капли или при исследованиях легкоплавких сплавов.

При изучении расплавов, в частности высокотемпературных, температуру в

изотермической зоне электропечи варьируют от +300 К до +2300 К, поэтому используют оба вышеотмеченных способа. Осуществление второго способа требует обеспечения в измерительной установке светового потока, который вводят в высокотемпературную зону вакуумной электропечи, например, посредством кварцевой призмы, размещенной в конце вышеуказанной зоны, противоположном объективу фотоприемника. Свет на эту призму поступает через термостойкое смотровое стекло с вакуумным уплотнением от внешнего осветителя - см. Ниженко В.И., Смирнов Ю.И. «Установка для определения поверхностных свойств и плотности расплавов с полуавтоматической подачей образцов в зону нагрева», в кн. «Методы исследования и свойства границ раздела контактирующих фаз», Киев: Наукова думка, 1977, с.38- 39, рис.6 - аналог. Недостатком такого способа является уменьшение точности определения геометрических характеристик эллипсоида капли вследствие, во первых, ограничения температурного диапазона работы кварцевой призмы сверху - около +1400 К, во вторых, оседания на этой призме испаряющегося материала капли и ее загрязнение, вплоть до срыва эксперимента. Кроме того, усложняется эксплуатация установки вследствие необходимости постоянного контроля прозрачности и очистки призмы.

Прототипом предлагаемого изобретения является способ определения плотности металлических расплавов с использованием образца расплава известной массы, расположенного на подложке в высокотемпературной зоне вакуумной камеры электропечи горизонтального типа, при котором получают фотоспособом, посредством расположенного вне вакуумной камеры фотоприемника с объективом, силуэт эллипсоидной капли образца расплава, по которому определяют объем и плотность этой капли, причем до включения компьютеризированной измерительной установки перед вакуумной камерой электропечи временно помещают некоммутируемый оптический излучатель, соединенный с блоком питания, и отражатель, например, в виде прямоугольной зеркальной призмы, который размещают в высокотемпературной области электропечи, при помощи которых осуществляют горизонтальную регулировку положения подложки, после чего этот оптический излучатель и отражатель убирают и продолжают последующие операции способа, в частности ведут регистрацию фотоприемником собственного свечения капли образца расплава во время ее охлаждения, затем определяют объем и плотность этой капли - см. положительное решение ФИПС по з. №2010119630 «Способ определения плотности высокотемпературных металлических расплавов (варианты)».

Недостатком прототипа является то, что его применяют при температуре капли выше примерно +800 К, поскольку при более низких температурах уровень сигнала фотоприемника, в соответствии с законом Стефана-Больцмана пропорциональный четвертой степени температуры, снижается настолько, что регистрация формы эллипсоида капли становится практически невозможной и, соответственно, не обеспечивается измерение плотности капли металлического расплава.

Задачей предлагаемого изобретения является расширение функциональных возможностей способа определения плотности металлических расплавов, в частности, увеличение температурного диапазона измерения плотности капли расплава без прерывания эксперимента, повышение достоверности и точности полученных результатов по определению параметров силуэта, объема и, в конечном итоге, плотности исследуемого расплава.

Поставленная задача решается с помощью способа определения плотности металлических расплавов.

Способ определения плотности металлических расплавов с использованием образца

расплава известной массы, расположенного на подложке в высокотемпературной зоне вакуумной камеры электропечи горизонтального типа, при котором получают фотоспособом, посредством расположенного вне вакуумной камеры фотоприемника с объективом, силуэт эллипсоидной капли образца расплава, по которому определяют
 5 объем и плотность этой капли, причем до включения компьютеризированной измерительной установки перед вакуумной камерой электропечи временно помещают некоммутируемый оптический излучатель, соединенный с блоком питания, и отражатель, например, в виде прямоугольной зеркальной призмы, который размещают в высокотемпературной области электропечи, при помощи которых осуществляют
 10 горизонтальную регулировку положения подложки, после чего этот оптический излучатель и отражатель убирают и продолжают последующие операции способа, в частности ведут регистрацию фотоприемником собственного свечения капли образца расплава во время ее охлаждения, затем определяют объем и плотность этой капли, отличающийся тем, что перед вакуумной камерой электропечи размещают
 15 коммутируемый оптический излучатель, к блоку питания подключают управляемый коммутатор, включают управляемый коммутатор в момент прекращения регистрации фотоприемником собственного свечения капли образца расплава во время ее охлаждения, например при уменьшении ее температуры до +800 К, освещают вышеуказанную каплю посредством коммутируемого оптического излучателя, при
 20 этом по отраженному оптическому сигналу силуэта этой капли определяют объем и плотность капли, вплоть до температуры ее остывания, например, +300 К.

Кроме того, коммутируемый оптический излучатель размещают по окружности объектива фотоприемника и осуществляют регулирование положения второго коммутируемого оптического излучателя его перемещением вдоль оси объектива
 25 фотоприемника.

Кроме того, в качестве коммутируемого оптического излучателя используют кластер, состоящий по меньшей мере из двух дискретных излучателей, например светодиодов, размещенных вокруг объектива фотоприемника.

Кроме того, осуществляют компьютерную коммутацию блока питания
 30 коммутируемого оптического излучателя посредством использования соединенного с блоком питания управляемого коммутатора, сигнал для управляющего входа которого поступает от компьютера.

Кроме того, размещают коммутируемый оптический излучатель перпендикулярно оси объектива фотоприемника, между объективом и вакуумной камерой размещают
 35 полупрозрачную прямоугольную зеркальную призму, освещают вышеуказанную каплю отраженным от этой призмы светом коммутируемого оптического излучателя.

Предлагаемое изобретение поясняется чертежами:

- фиг.1 - блок-схема измерительного комплекса;
- фиг.2 - вариант блок-схемы измерительного комплекса;
- 40 фиг.3 - фотоизображение образца алюминиевого сплава, $t = 1370$ К;
- фиг.4 - фотоизображение образца алюминиевого сплава, $t = 730$ К;
- фиг.5 - фотоизображение образца расплава припоя ПОС 61, $t = 550$ К.

Способ определения плотности металлических расплавов осуществляют посредством измерительного комплекса, который содержит устройство для определения плотности
 45 металлических расплавов, которое приведено на фиг.1. Устройство содержит коммутируемый оптический излучатель 1, непрозрачные тубусы 2, фотоприемник 3, соосный с размещенной в высокотемпературной зоне электропечи вакуумной камерой горизонтального типа 4, коаксиальный цилиндрический электронагреватель 5,

капельный образец расплава фиксированной массы 6, расположенный на срезе цилиндрической подложки 7, закрепленной на одном из концов регулируемого штока 8, другой конец которого через вакуумный уплотнительный узел 9 соединен с узлом изменения положения подложки (на схеме не показан). Вакуумная камера 4 содержит смотровое окно 10. Коммутируемый оптический излучатель 1 и непрозрачные тубусы 2 объединены в перемещаемый кластер 11. Компьютер 12 содержит дисплей 13, на который выводят фотоизображение капельного образца расплава фиксированной массы 6 и подложки 7. Перемещаемый кластер 11 расположен на объективе 14 фотоприемника 3 по его окружности. Блок питания 15 включают посредством управляемого коммутатора 16 сигналом от компьютера 12 или вручную. Каждый отдельный n -й излучатель, где $n \geq 2$, входящий в состав кластера 11 коммутируемого оптического излучателя 1, расположен с наклоном относительно горизонтальной оптической оси с углом 17, равным $\alpha \neq 0$, кластер 11 скреплен обоймой 18.

Вариант исполнения устройства для определения плотности металлических расплавов приведен на фиг.2. В данном случае коммутируемый оптический излучатель 1 в тубусе 2 зафиксирован перпендикулярно оптической оси объектива 14 на некотором расстоянии от него, а между объективом 14 и вакуумной камерой 4 размещен отражатель 19.

Коммутируемый оптический излучатель 1 выполнен в виде кластера 11 из n (где $n \geq 2$) отдельных излучателей, расположенных в обойме 18 на объективе 14 в виде ламп накаливания либо светодиодов, например лазерных или сверхярких светодиодов L7113SEC-H фирмы Kingbright - см. каталог Kingbright, 2005 - 2006, размещенных в соответствующих непрозрачных цилиндрических тубусах и питаемых от источника питания 15, коммутируемого посредством управляемого коммутатора 16 компьютером 12. Фотоприемник выполнен в виде телекамеры, например, типа 3372P Sanyo или цифрового фотоаппарата и соединен с компьютером посредством стандартного переходного USB-кабеля. Коаксиальный цилиндрический электронагреватель 5 выполнен из тугоплавкого немагнитного металла, например молибдена, и обеспечивает изотермическую зону. Подложка 7 выполнена в виде цилиндрического тела из высокотемпературной керамики, например бериллиевой. Регулируемый шток 8 выполнен из молибдена. Вакуумный уплотнительный узел 9 сделан из вакуумной резины. Блок питания 15 - силовая сеть 220 В, либо типовой маломощный низковольтный (2-9 В) источник питания постоянного тока, например адаптер от портативного приемника. Управляемый коммутатор 16 - управляемое оптореле PVT442S фирмы IR. Обойма 18 выполнена из легкого, например, алюминиевого сплава в виде скользящего по объективу 14 плоского кольца, в котором закреплен перемещаемый кластер 11 с отдельными излучателями коммутируемого оптического излучателя 1 и тубусами 2. Отражатель 19 выполнен в виде полупрозрачной прямоугольной призмы.

Способ определения плотности металлических расплавов осуществляют посредством вышеописанного устройства для определения плотности металлических расплавов следующим образом. Подготавливается изучаемый образец 6, у которого определяется масса, он помещается на подложку 7 в центр вакуумной камеры горизонтального типа 4 в высокотемпературной зоне электропечи, после чего вакуумную камеру 4 закрывают. Перед началом эксперимента, если это необходимо, регулируют горизонтальность подложки 7 по процедуре, описанной в прототипе, посредством некоммутируемого оптического излучателя, временно помещенного перед объективом фотоприемника, после чего этот излучатель убирают и начинают собственно эксперимент. В процессе эксперимента контролируют на дисплее 13 фотоизображение подложки 7 с образцом расплава 6 на ней. Выше температуры примерно +800 К капля расплава 6 изучаемого

образца светится достаточно ярко, чтобы фотоизображение было пригодным для измерения параметров ее контура - см. фиг.3. При этом коммутируемый оптический излучатель 1 не используют. Соответственно, компьютер 12 не вырабатывает управляющий сигнал для управляющего входа управляемого коммутатора 16, он находится в незамкнутом положении, блок питания 15 для коммутируемого оптического излучателя 1 обесточен, питание на этом излучателе отсутствует, поэтому он не освещает через смотровое окно 10 образец расплава 6. При снижении температуры ниже +800 К изображение становится практически непригодным для измерения параметров контура вышеуказанной капли - см. фиг.4. С этого момента начинают использовать коммутируемый оптический излучатель 1 следующим образом. Компьютер 12 вырабатывает управляющий сигнал включения для управляющего входа управляемого коммутатора 16, который включает блок питания 15, коммутируемый оптический излучатель 1 освещает через смотровое окно 10 образец расплава 6. Экспериментатор продолжает осуществление способа определения плотности металлических расплавов. В случае необходимости изменения качества фотоизображения экспериментатор может изменить вручную или автоматически положение обоймы 18 кластера 11 с излучателями на объективе. При этом он визуально контролирует фотоизображение контура вышеуказанной капли посредством дисплея 13. Температура, при которой сохраняется качественное фотоизображение контура, составляет примерно +550 К - см. фиг.5.

Вариант устройства, приведенный на фиг.2, может быть использован при реализации способа в случае невозможности использования устройства, выполненного по схеме, приведенной на фиг.1, например при невозможности конструктивного размещения кластера 11 на объективе 14 фотоприемника 3. При этом все операции способа определения плотности металлических расплавов сохраняются.

Предложенный способ обеспечивает расширение функциональных возможностей способа определения плотности металлических расплавов, в частности увеличение температурного диапазона измерения плотности капли расплава без прерывания эксперимента, повышение достоверности и точности полученных результатов по определению параметров силуэта, объема и, в конечном итоге, плотности исследуемого расплава.

Технические решения, содержащие вышеуказанные совокупности отличительных признаков, а также совокупности ограничительных и отличительных признаков, не выявлены в известном уровне техники, что при достижении вышеописанного технического результата позволяет считать предложенное техническое решение имеющим изобретательский уровень.

Формула изобретения

1. Способ определения плотности металлических расплавов с использованием образца расплава известной массы, расположенного на подложке в высокотемпературной зоне вакуумной камеры электропечи горизонтального типа, при котором получают фотоспособом посредством расположенного вне вакуумной камеры фотоприемника с объективом, силуэт эллипсовидной капли образца расплава, по которому определяют объем и плотность этой капли, причем до включения компьютеризированной измерительной установки перед вакуумной камерой электропечи временно помещают некоммутируемый оптический излучатель, соединенный с блоком питания, и отражатель, например, в виде прямоугольной зеркальной призмы, который размещают в высокотемпературной области электропечи, при помощи которых осуществляют горизонтальную регулировку положения подложки, после чего этот оптический

излучатель и отражатель убирают и продолжают последующие операции способа, в частности ведут регистрацию фотоприемником собственного свечения капли образца расплава во время ее охлаждения, затем определяют объем и плотность этой капли, отличающийся тем, что перед вакуумной камерой электропечи размещают
5 коммутируемый оптический излучатель, к блоку питания подключают управляемый коммутатор, включают управляемый коммутатор в момент прекращения регистрации фотоприемником собственного свечения капли образца расплава во время ее охлаждения, например при уменьшении ее температуры до +800 К, освещают вышеуказанную каплю посредством коммутируемого оптического излучателя, при
10 этом по отраженному оптическому сигналу силуэта этой капли определяют объем и плотность капли, вплоть до температуры ее остывания, например, +300 К.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что коммутируемый оптический излучатель размещают по окружности объектива фотоприемника и осуществляют регулирование положения коммутируемого оптического излучателя его перемещением вдоль оси
15 объектива фотоприемника.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что в качестве коммутируемого оптического излучателя используют кластер, состоящий по меньшей мере из двух дискретных излучателей, например светодиодов.

4. Способ по п.1, отличающийся тем, что осуществляют компьютерную коммутацию
20 блока питания коммутируемого оптического излучателя посредством использования соединенного с блоком питания управляемого коммутатора, сигнал для управляющего входа которого поступает от компьютера.

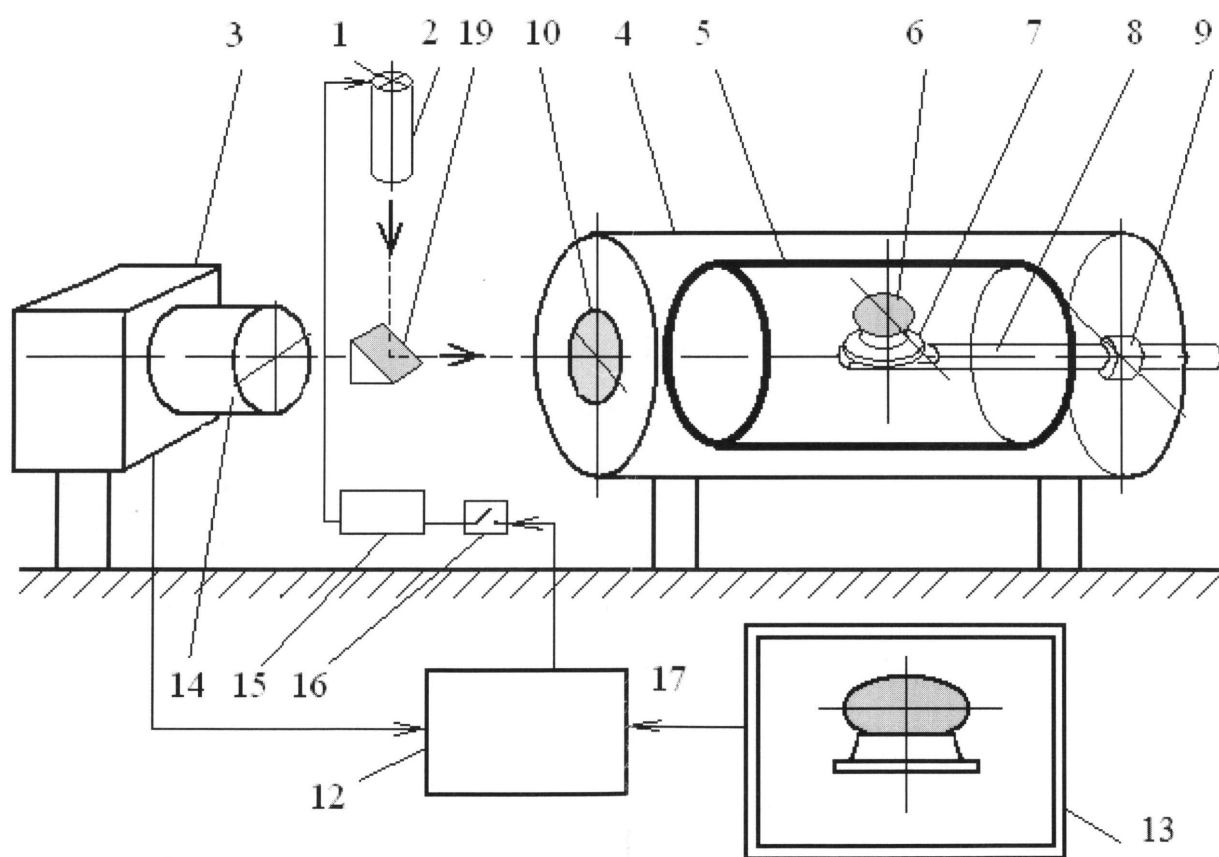
5. Способ по п.1, отличающийся тем, что размещают коммутируемый оптический излучатель перпендикулярно оси объектива фотоприемника, между объективом и
25 вакуумной камерой размещают полупрозрачную прямоугольную зеркальную призму, освещают вышеуказанную каплю отраженным от этой призмы светом коммутируемого оптического излучателя.

30

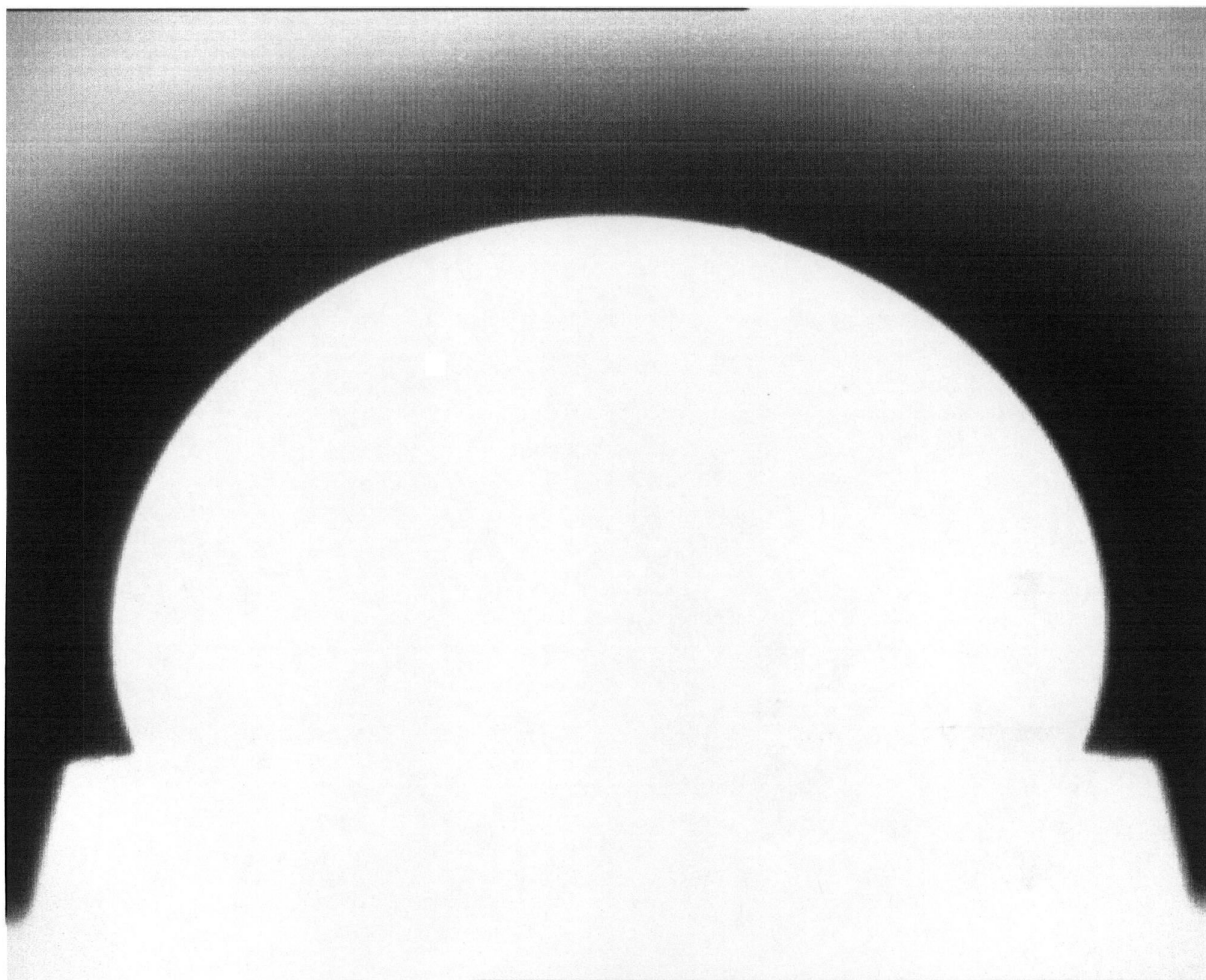
35

40

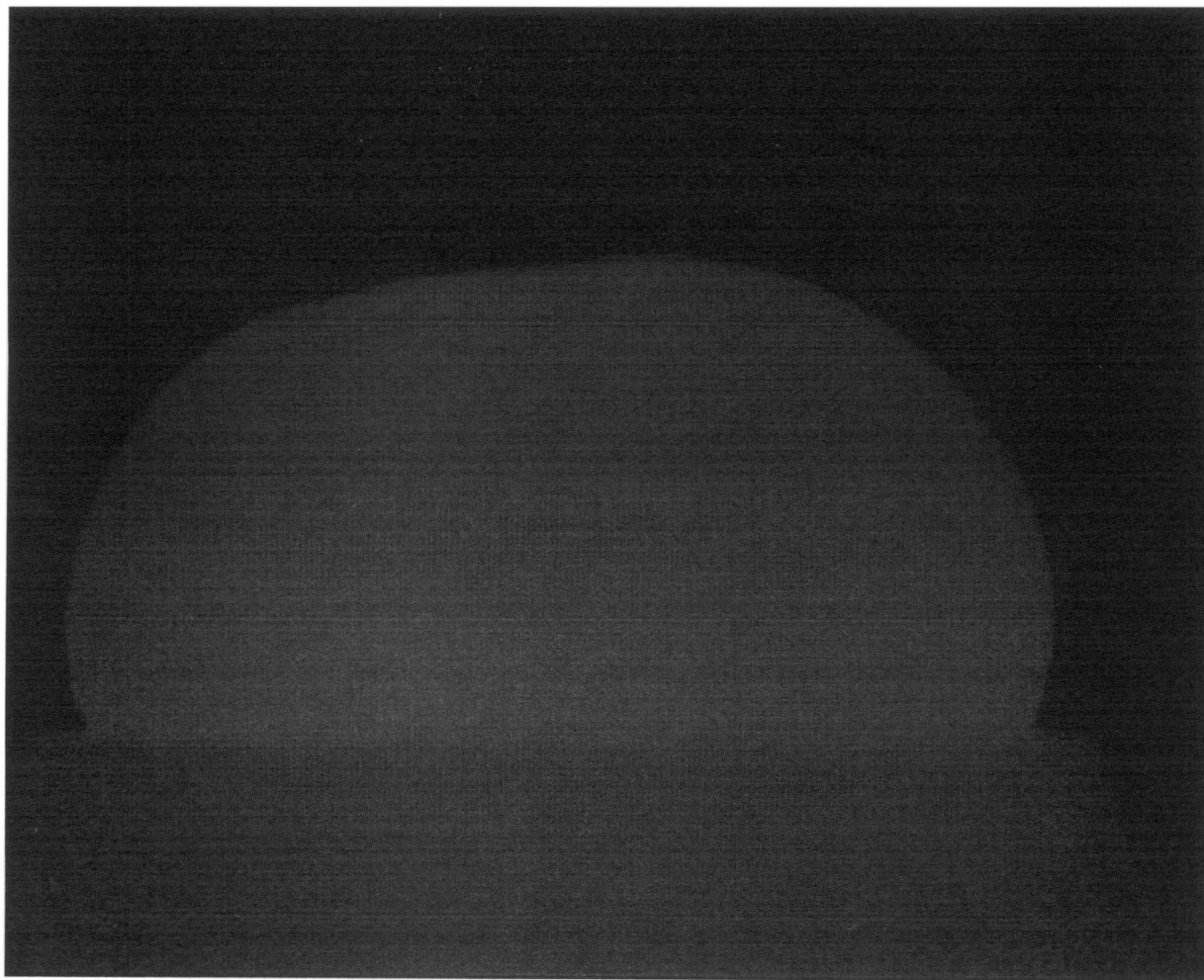
45



Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг. 4



Фиг. 5